

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08127870 A**

(43) Date of publication of application: **21.05.96**

(51) Int. Cl

C23C 14/54

C23C 14/06

C23C 14/34

(21) Application number: **06268873**

(22) Date of filing: **01.11.94**

(71) Applicant: **ULVAC JAPAN LTD**

(72) Inventor:
NAGATANI KOJI
TAKAHASHI SEIICHI
KASHIMOTO YUZO
KONDOU TOMOYASU
MIZUSAWA YASUSHI

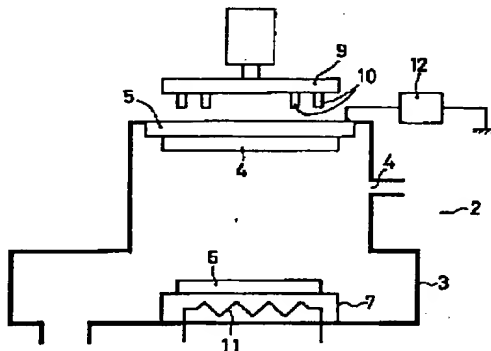
(54) FORMATION OF THIN TITANIUM NITRIDE FILM

(57) Abstract:

PURPOSE: To improve the film thickness distribution in a thin titanium nitride film while maintaining superior coverage.

CONSTITUTION: Gaseous argon is added to gaseous nitrogen in the range where, by flow rate ratio, $1/8 \leq (\text{gaseous argon})/(\text{gaseous nitrogen}) \leq 2/3$ is satisfied. Then, a titanium target 4 is sputtered while maintaining atmospheric pressure during film formation at a pressure of $21 \times 10^{-1} \text{ Pa}$, by which a thin titanium nitride film is formed on a substrate 6. By this method, the thin titanium nitride film, improved in the filling up characteristics of fine pores and uniformity in film thickness distribution at the surface of the substrate, can be obtained.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-127870

(43) 公開日 平成8年(1996)5月21日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C	14/54	B 8939-4K		
	14/06	A 8939-4K		
	14/34	M 8939-4K		

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-268873

(22) 出願日 平成6年(1994)11月1日

(71) 出願人 000231464

日本真空技術株式会社

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地

(72) 発明者 永谷 浩治

鹿児島県姶良郡横川町上ノ3313 アルパッ

ク九州株式会社鹿児島事業所内

(72) 発明者 高橋 誠一

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地 日本真空
技術株式会社内

(72) 発明者 極本 雄三

静岡県裾野市須山1220-14 日本真空技術
株式会社富士裾野工場内

(74) 代理人 弁理士 北村 欣一 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化チタン薄膜成膜方法

(57) 【要約】

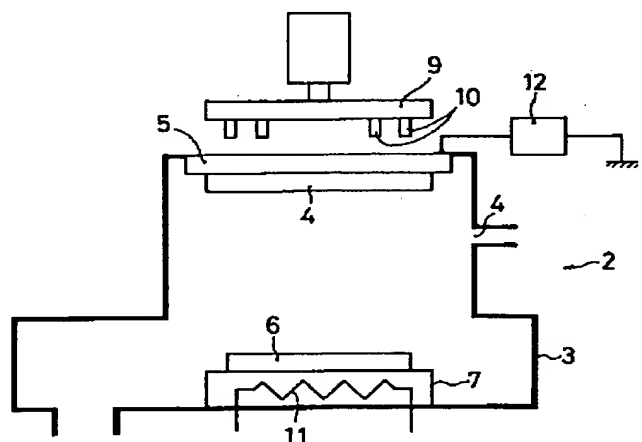
【目的】 良好なカバレッジを維持したまま、窒化チタン薄膜の膜厚分布を改善する。

【構成】 前記窒素ガスに流量比で、

$1/8 \leq \text{アルゴンガス} / \text{窒素ガス} \leq 1/3$

の範囲でアルゴンガスを添加し、成膜中の雰囲気圧力を $1 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ 以下の圧力に保った状態でチタンターゲットをスパッタして基板上に窒化チタン薄膜を成膜することを特徴とする。

【効果】 微細孔の埋込特性がよく、基板表面の膜厚分布が均一な窒化チタン薄膜が得られる。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基板とチタンターゲットとを真空雰囲気中で対向配置させ、
前記真空雰囲気内に反応性ガスとして窒素ガスを導入し、
前記チタンターゲットをスパッタして前記基板に窒化チタンの薄膜を成膜する窒化チタン薄膜成膜方法において、
前記窒素ガスに流量比で、
 $1/8 \leq \text{アルゴンガス} / \text{窒素ガス} \leq 1/3$
の範囲でアルゴンガスを添加し、
成膜中の雰囲気を $1 \times 10^{-1} \text{Pa}$ 以下の圧力に保つことを特徴とする窒化チタン薄膜成膜方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、窒化チタン薄膜の成膜方法にかかり、特に半導体及び電子機器の製造工程で基板上に設けられた微細孔を窒化チタン薄膜で埋め込む窒化チタン薄膜成膜方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年のデバイスの高集積化に伴って、半導体や電子機器等の製造工程ではデザインルールの微細化や多層配線化が進んできた。このような微細化技術の進展に伴って、高アスペクト比を持つコンタクトホールやスルーホール等に対して金属薄膜等の導電性薄膜を埋め込む技術は重要度を増している。

【0003】 この埋め込み技術に関しては、従来から、スパッタリング法やCVD法が用いられているが、CVD法では使用ガスが人間に有害なものが多いため高価なガス設備や除害設備が必要となり、また成膜可能な薄膜の種類も限られているという問題があり、スパッタリング法を改善することで、高アスペクト比の微細孔の埋め込みを行おうという考え方が優勢となってきた。

【0004】 ところで、スパッタリング法による成膜は、真空槽内ターゲットと基板とを対向配置させ、真空状態にした後、スパッタリングガスを導入し、所定圧力で前記ターゲット側に負電圧を印加して放電を生じさせ、電離されたスパッタガス分子(イオン)をターゲットに入射させ、叩き出されたターゲット表面の粒子を前記基板に堆積させて薄膜を形成する技術である。

【0005】 しかしながら従来技術のスパッタリング方法では、図4(a)に示すように、基板101に設けられた微細孔102には、ターゲットから叩き出された粒子103が種々の方向から入射してしまう。

【0006】 その結果、図4(b)に示すように、基板に対して斜め方向から入射してきた粒子103'が微細孔102の開口部付近に堆積してオーバーハング104を発生させてしまい、微細孔底部105にはほとんど堆積しないシャドウイング効果が起こってしまう。その結果、微細孔底部付近で断線や接続不良が発生し易くなっ

てしまうという問題がある。

【0007】 このような問題に対して、ターゲットと基板との間に細長い穴を多数設けたフィルタを配置し、基板上に設けられた微細孔に対して垂直に入射する粒子だけが基板に到達するようにしたスパッタ成膜方法(コリメートスパッタ法)が提案されているが、このような方法では、ターゲットから飛出した粒子の大部分がフィルタに付着してしまい、成膜効率が低下する。しかも、フィルタに付着した粒子は薄膜化し、この薄膜が剥がれるとダストとなり、基板上に落ちた場合には歩留が低下するという問題があり、根本的な解決には至っていなかった。

【0008】 そこで出願人は、基板とターゲットの間の距離を、通常のスパッタリング方法における場合と比較して大きくし、且つ成膜中の雰囲気圧力を $1 \times 10^{-1} \text{Pa}$ 以下に保つことでスパッタ粒子の直進性を向上させる、いわゆる低圧スパッタ成膜方法を提案した。この技術によれば、従来のスパッタリング法による微細孔の埋め込みに伴う上記の問題を解決し、しかもダストの発生等の問題なしに基板上の微細な穴埋めを有効に実施できるものである。

【0009】 ところが、基板上に窒化チタン(TiN)薄膜を成膜させるために、チタン(Ti)をターゲットに用い、窒素ガスを反応性ガスとして使用して、前記低圧スパッタ成膜方法により反応性スパッタリングを行なうと、微細孔内の埋込特性(カバレッジ)は良好であるが、微細孔が設けられていない基板表面上の窒化チタン薄膜の膜厚分布が均一とならなかった。この基板表面の窒化チタン薄膜は微細孔内部の窒化チタンと異なり不要であるため、エッチング等により除去する必要があるが、基板表面の膜厚分布の不均一はエッチングむらを引き起こすのでジャストエッチが難しく、オーバーエッチングさせると微細孔内部の窒化チタンもエッチングされてしまう等、不都合が多かった。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は上記従来技術の不都合を改善するために創作されたもので、微細孔内部の良好な埋込特性を維持したまま、基板表面上の薄膜の膜厚分布が均一である窒化チタン薄膜成膜方法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決するために、本発明は、基板とチタンターゲットとを真空雰囲気中で対向配置させ、前記真空雰囲気内に反応性ガスとして窒素ガスを導入し、前記チタンターゲットをスパッタして前記基板に窒化チタンの薄膜を成膜する窒化チタン薄膜成膜方法において、前記窒素ガスに流量比で、
 $1/8 \leq \text{アルゴンガス} / \text{窒素ガス} \leq 1/3$
の範囲でアルゴンガスを添加し、成膜中の雰囲気を $1 \times 10^{-1} \text{Pa}$ 以下の圧力に保つことを特徴とする。

【0012】

【作用】基板とチタンターゲットをと対向配置させて真空雰囲気におき、前記真空雰囲気内に反応性ガスとして窒素ガスを導入して前記チタンターゲットをスパッタすると、前記基板に窒化チタンの薄膜が成膜される。

【0013】この成膜の際の圧力を $1 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ 以下の圧力にしておき、前記窒素ガスにアルゴンガスを、流量比で、

$$1/8 \leq \text{アルゴンガス} / \text{窒素ガス} \leq 1/3$$

の範囲で添加すれば、良好な埋込特性を維持したまま均一な膜厚分布を有する窒化チタン薄膜(TiN)を成膜することができる。

【0014】アルゴンガスと窒素ガスの流量比が $1/8$ 未満の値では膜厚分布はよくなる。一方、 $1/3$ を超える値になるまでアルゴンガスを添加した場合には、膜厚分布は均一であるが、窒化チタン薄膜特有のゴールド色を示さなくなり、窒素の不足から、チタン薄膜と窒化チタン薄膜の中間の色調(黄味がかった金属色)となり、チタンの多いTi_{1-x}N_x膜が成膜されたことが分かる。このTi_{1-x}N_x膜は、特性が悪く、バリア膜として使用するには不都合である。

【0015】

【実施例】本発明の実施例を図面に基づいて説明する。

【0016】図1を参照し、2は本発明に用いた低圧スパッタ装置であり、真空槽3を備えている。該真空槽3は、ガス導入口4と真空排気口3と、ターゲット電極5と基板ホルダー7とを備えている。前記真空排気口3には図示しない真空ポンプが接続されており、前記ターゲット電極5の裏面には、二重の同心円上に配置された磁石10を有する直径320mmのマグネットプレート9が設けられ、前記基板ホルダー7の裏面にはヒータ11が設けられている。

【0017】前記ターゲット電極5には直径300mmのチタンターゲット4が装着され、前記基板ホルダー7は、直径6インチの基板6を前記チタンターゲット4と対向して装着ができるように構成されており、該基板ホルダー7に基板を装着した場合、該基板と前記チタンターゲット4との距離が140mmになるように構成されている。

【0018】前記基板6には、深さをa、底面の径をeとしたときに、

$$A/R = a/e$$

で定義されるアスペクト比A/Rが2の微細孔が設けられており、前記図示しない真空ポンプを起動させ、前記真空槽3を高真空状態にした後、前記ヒータ11で前記基板6を加熱し、前記ガス導入口4から流量26sccmの窒素ガスに、アルゴンガスを流量4sccmの割合で添加したスパッタリングガスを導入し(全体の流量は30scc

m)、排気速度を調節して圧力が $5.7 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ の値で安定するまで待った後、前記ターゲット電極5に接続された直流電源12により10kWの電力を投入し、スパッタリングを行ったところ、前記基板6に窒化チタン薄膜が成膜された。

【0019】この窒化チタン薄膜の膜厚を、図2に示す基板6の、微細孔が設けられていない表面の9点で測定した。この9点は、基板中心の点P₁の位置を(0,0)とすると、残りの8点は、座標の単位をmmとして、P₂(35.0, 0)、P₃(70.00, 0)、P₄(-35.00, 0)、P₅(-70.00, 0)、P₆(0, 35.00)、P₇(0, 70.00)、P₈(0, -35.00)、P₉(0, -70.00)で表わされる。

【0020】一つの基板内における前記P₁~P₉の膜厚を測定し、最大膜厚と最小膜厚を求め、次式、
(膜厚バラツキ) = $\pm (\text{最大膜厚} - \text{最小膜厚}) / (\text{最大膜厚} + \text{最小膜厚})$

から膜厚分布を算出したところ $\pm 6.8\%$ であった。この値が小さい方が膜厚分布は良好である。

【0021】また、前記膜厚分布を測定した基板を截断し、断面を研磨して前記微細孔15に埋め込まれた窒化チタン薄膜を観察した。ここで、図3に示すように、前記基板6の表面の窒化チタン薄膜の膜厚dと、前記微細孔15の底面中心付近の膜厚c₂と、底面両端付近の膜厚c₁、c₃とを測定し、次式、

$$(\text{平均埋込率}) = (c_1/d + c_2/d + c_3/d) / 3$$

で定義される平均埋込率を、前記点P₁、P₂、P₃の3点における測定値から求めたところ、37%であった。

【0022】次に、アスペクト比2の微細孔が設けられており、窒化チタン薄膜が成膜されていない基板を前記基板ホルダー7に装着し、チタンターゲットとの間隔を140mmに保ったまま、窒素ガスの流量を25sccm、アルゴンガスの流量を8sccm、成膜圧力を $6.5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ として、窒化チタン薄膜を成膜し、同様に膜厚を測定し、膜厚分布と平均埋込率とを求めた。比較例として、アルゴンガスを添加せず、窒素ガスだけでスパッタリングして成膜した窒化チタン薄膜の膜厚を測定し、膜厚分布と平均埋込率とを求めた。

【0023】また、基板とチタンターゲットとの距離を170mm、及び200mmに変え、更にアルゴンガス流量、窒素ガス流量、及び成膜圧力を変え、アスペクト比が2の微細孔を有する別の基板上に窒化チタン薄膜を成膜し、膜厚を測定した。比較例として窒素ガスだけで成膜した窒化チタン薄膜の膜厚も測定した。

【0024】これらの成膜条件と、各条件下で成膜した窒化チタン薄膜の基板表面上の膜厚分布と微細孔の平均埋込率とを表1にまとめて記載する。

【0025】

【表1】

成膜実験結果

* 投入電力: 12 kW

基板/ターゲット 間距離	ガス流量(sccm)		成膜圧力 (E-2Pa)	膜厚分布 (%)	平均の 埋め込み率(%)	膜厚 (nm)	成膜速度 (nm/min)	備考
	アルゴン	窒素						
140	0	30	5.7	±12.3	35	425	81.7	比較例
	4	26	5.8	±6.8	37	384	74.0	
	8	25	6.5	±7.1	36	376	70.0	
170	0	30	5.7	±9.0	41	323	63.3	比較例
	4	26	5.8	±5.0	39	300	58.9	
200	0	30	5.7	±6.4	47	317	41.0	比較例
	3	24	4.9	±6.2	48	306	38.0	
	4	26	5.8	±4.9	47	292	36.0	
	6	26	7.2	±3.8	48	294	37.0	
	8	26	8.3	±3.4	48	294	37.0	

【0026】前記表1からわかるように、基板とチタンターゲットとの距離が大きいくほど膜厚分布は小さく、平均埋込率は大きくなることからわかる。

【0027】しかしながら基板とチタンターゲット間の距離に着目すると、この距離を大きくすると微細孔底部の成膜速度が低下してしまい、一方、短くした場合でも、実験によると、必ずしも微細孔底部の成膜速度が大きくなるとは限らなかった。従って、距離をパラメータとして微細孔底部の成膜速度を表した場合、一定の範囲の距離内で、ある極大値が存在する。この極大値と、極大値を与える距離とは、アスペクト比やスパッタ圧力等に影響される。

【0028】但し、必ずしも極大値を与える距離でスパッタを行う必要はない。従来のスパッタリング方法によるのと同程度の成膜速度(36nm/min)が得るためには、基板とチタンターゲットの間の距離が、約100mmから約300mmの範囲にすればよいことが実験により確認されている。

【0029】この場合、表1の実験結果から、基板とターゲットとの距離が140mm以上にすることが望ましいことが分かる。

【0030】

【発明の効果】本発明によれば、微細孔内の埋込特性が良好で、基板表面の膜厚分布が良好な窒化チタン薄膜を得ることができ、高アスペクト比の微細孔を効率よく埋め込めるので、歩留りが向上する。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に使用した低圧スパッタ装置の一例

【図2】 窒化チタン薄膜の膜厚の測定点

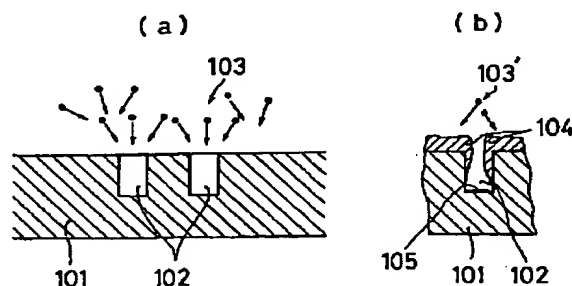
【図3】 微細孔の断面図

【図4】 (a)従来のスパッタリング方法により薄膜が成膜される状態を示した図 (b)シャドウイング効果を示す図

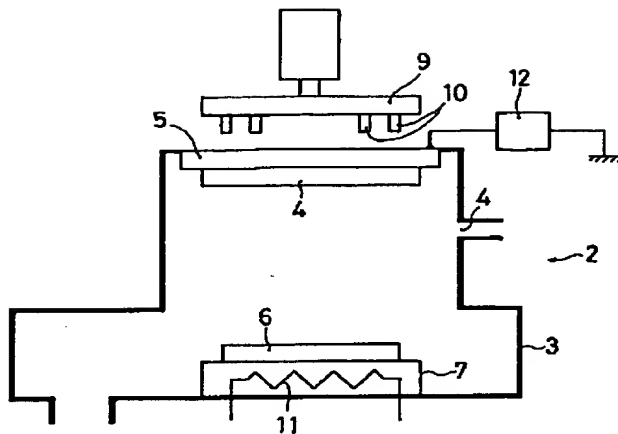
【符号の説明】

4……チタンターゲット 6……基板

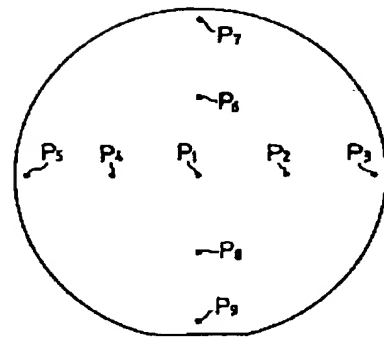
【図4】



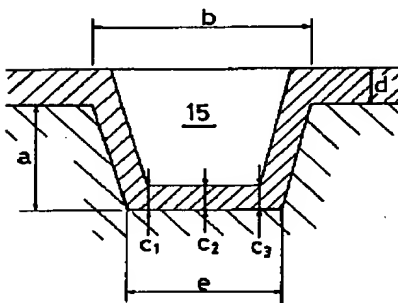
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 近藤 智保
静岡県裾野市須山1220-14 日本真空技術
株式会社富士裾野工場内

(72)発明者 水沢 寧
静岡県裾野市須山1220-14 日本真空技術
株式会社富士裾野工場内